

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

NORMA CUBANA

NC

561: 2007

PLAGUICIDAS — METAMIDOFOS — DETERMINACIÓN DE RESIDUOS

Pesticides—Methamidophos—Determination of residues

ICS: 65.100

1. Edición Noviembre 2007
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/ CTN 97 de Sanidad vegetal, integrado por las siguientes instituciones:

- Instituto de Investigaciones de Sanidad Vegetal (INISAV)
- Centro Nacional de Sanidad Vegetal (CNSV)
- Instituto de Investigaciones Fundamentales en Agricultura Tropical (INIFAT)
- Centro de Ingeniería e Investigaciones Químicas (CI IQ)
- Centro Nacional de Sanidad Agropecuaria (CENSA)
- Laboratorio Provincial de Sanidad Vegetal (LAPROSAV) en La Habana
- Instituto de Investigaciones en Fruticultura Tropical (IIFT)
- Instituto Nacional de Higiene y Epidemiología (INHEM)

- Se elaboró tomando en cuenta todos los elementos aplicables de los documentos siguientes:

-Ricardo M. Métodos de análisis de residuos de plaguicidas, Primera edición. Editorial CIDISAV, La Habana. 2000. pp. 56 -58

-Directrices sobre buenas prácticas en el análisis de residuos de plaguicidas. Codex Alimentarius. CAC/GL 40-1993, rev.1-2003

- Sustituye a la NC 29-18: 1988 Plaguicidas. Metamidofos. Determinación de residuos en material vegetal

© NC, 2007

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

PLAGUICIDAS —METAMIDOFOS— DETERMINACIÓN DE RESIDUOS

1 Objeto

Esta norma establece el método de análisis para la determinación del contenido de residuos de metamidofos en material vegetal, excepto tabaco, por la técnica de cromatografía gaseosa. El método se aplica al análisis de muestras con residuos superiores a 0,05 mg/kg y posee una eficiencia de un 80 %.

2 Referencias normativas

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas sólo es aplicable la edición citada, incluyendo cualquier enmienda.

NC 70- 13: 1984 Agricultura. Sanidad vegetal. Términos, definiciones y símbolos.

NC 21-11: 1975 Productos químicos. Clasificación por calidades y definiciones.

NC 20-03:72 Productos químicos clasificación por calidad y definiciones

NC 21-05-72. Productos químicos analíticos. Especificaciones.

3 Términos y definiciones

A los fines de este documento, se aplican los términos y definiciones establecidos en NC 70- 13: 1984 y además los siguientes.

3.1 Muestra control. Es aquella de igual naturaleza que la muestra de análisis, pero no ha sido tratada con el plaguicida cuya sustancia activa se pretende analizar.

3.2 Recuperación. Relación entre la cantidad de sustancia activa determinada por análisis y la añadida previamente a una muestra control, expresada en por ciento.

4 Generalidades

4.1 Todos los análisis señalados en esta norma se harán por duplicado.

4.2 Se emplearán en los análisis productos químicos de calidad p.a. según NC 20-03:72. Productos químicos clasificación por calidad y definiciones y la NC 21-05-72. Productos químicos analíticos. Especificaciones.

4.3 Las pesadas de las muestras para la realización del análisis, se harán con aproximación de 0.1 g cuando la masa de las mismas se encuentre entre 25 g y 100 g.

5 Principio

El método se basa en la extracción del ingrediente activo de la muestra mediante maceración con acetato de etilo en presencia del sulfato de sodio anhidro, seguida de la evaporación del solvente.

Se disuelve el extracto en acetona y se realiza la determinación por cromatografía gaseosa con detector termoiónico.

6 Reactivos y materiales

- Acetato de etilo p.a
- Sulfato de sodio anhidro p.a
- Silicona QF-I
- Reoplex 400
- Acetona p.a.
- Gas Chrom Q de 80 a 100 mallas
- Disolución de referencia: Se pesa 0,1 g de un patrón analítico del insecticida y se disuelve en 100 mL de acetato de etilo o acetona (1 000 µg/mL)
- Disolución de trabajo. Se toma 2,5 mL de la disolución de referencia y se disuelve en 100 mL de acetato de etilo o acetona (25 µg/mL)
- Disolución de comparación cromatográfica. Se toma 1 mL de la disolución de trabajo y se disuelve en 10 mL de acetato de etilo o acetona (2.5 µg/mL)

7 Aparatos

- Balanza analítica con sensibilidad 0,001g.
- Balanza técnica con sensibilidad 0,1g.
- Licuadora de alta velocidad.
- Evaporador rotatorio con baño de agua termostatado.
- Cromatógrafo de gases con detector termoiónico.
- Embudo de gravedad.
- Balón de evaporación de 500 mL
- Microjeringuillas de 10 µL

8 Preparación de la porción de ensayo

Se toman (2 ± 0,5) kg. de material congelado, se muele y finalmente se homogeneiza.

Paralelamente se procede tal como con la muestra de ensayo, con una muestra control no tratada con el insecticida de masa (2 ± 0,5) kg., se toman 50 g y se contamina con una cantidad conocida de metamidofos (disolución de trabajo) y se continúa con el procedimiento que se describe en los apartados siguientes. Se desarrolla otra muestra control, sin contaminar con la disolución de trabajo, para establecer el valor de blanco.

9 Procedimiento

9.1 Extracción

Coloque en una licuadora de alta velocidad 50 g de la muestra de material vegetal (100 g en caso de muestras de alto contenido de agua), añada 50 g de sulfato de sodio anhidro y 100 mL-150 mL de acetato de etilo. Macere durante 3 min. Posteriormente, filtre por decantación a través de sulfato de sodio anhidro hacia un balón de 500 ml. Remacere la parte sólida con 100 mL del solvente de extracción. Reúna los filtrados y lave el sistema con 20 mL del propio solvente. Concentre en un evaporador rotatorio a presión reducida y temperatura de 40°C hasta que quede de 1 a 3 mL aproximadamente. Termine la evaporación mediante una suave corriente de aire seco

o nitrógeno.

9.2 Determinación

Disuelva el residuo del paso anterior en un volumen conocido de acetona e inyecte el extracto en un cromatógrafo de gases dotado de un detector termoiónico y provisto de una columna de vidrio de 1 m de longitud y 3 mm de diámetro interno, empaquetada con 8% Reoplex 400 + 2% silicona QF-I sobre Gas Chrom Q de 80 a 100 mallas; fije los parámetros operacionales en los siguientes valores:

- Temperatura del horno: 210 °C
- Temperatura del inyector: 220 °C
- Temperatura del detector: 240 °C

Gases: Nitrógeno	0,5	kg/cm ²
Hidrógeno	0,85	kg/cm ²
Aire	1,3	kg/cm ²

10 Cálculo

10.1 Método para los cálculos. La concentración del residuo de metamidofos en la muestra (R_M) se determina mediante la siguiente expresión:

$$R_M = (V_1 \times C_1 \times h_2 \times D) / (V_2 \times h_1 \times W \times F) \quad (\text{mg kg}^{-1})$$

Donde:

V_1 volumen inyectado de la disolución de comparación cromatográfica (μL)

V_2 volumen inyectado del extracto de la muestra (μL)

h_1 altura del pico de la disolución de comparación cromatográfica (mm)

h_2 altura del pico de la disolución de la muestra (mm)

D volumen final de la dilución de la muestra (mL)

C_1 concentración de la disolución de comparación cromatográfica (ng/ μL)

W masa de la muestra vegetal tomada para el análisis (g)

F factor de recobrado unitario. Este factor se calcula añadiendo una cantidad conocida de metamidofos a una muestra control y analizándola mediante el procedimiento descrito. La relación entre la cantidad detectada en el análisis y la añadida, indica la eficiencia del procedimiento y se conoce como factor de recobrado unitario.

10.2 Aproximación de los resultados. Los resultados se aproximarán hasta la centésima.

11 Presición y recuperación

La repetibilidad del método es de 0,15 mg/kg

La recuperación media es 80 %

Bibliografía

- [1] NC 21- 02: 1967 Soluciones reactivo de concentración aproximada para uso general.
- [2] NC 21- 10: 1967 Productos químicos— Clasificación por calidades y definiciones.
- [3] NC 21- 03: 1968 Soluciones reactivo de concentración exacta para uso general.
- [4] Molhoff E. Método para la Determinación gas cromatográfica de Residuos de Tamaron en Plantas. Pflanzenschutz Nachrichten. Bayer Vol. 24, No 2, 1971.
- [5] NC 20-08:1975 Evaluación estadística de los métodos de ensayo o de análisis químicos.
- [6] Ministerio de Bienestar Social, Salud y Cultura. Leidschemdam. Métodos Analíticos para Residuos de Plaguicidas. Método 5. Compuestos Organofosforados. 4ta Edición. Holanda. 1985.
- [7] NC ISO 78-2:2004. Química - Disposiciones para las normas. Parte 2: Métodos de análisis químico.
- [8] Directrices sobre la incertidumbre en la medición. Codex Alimentarius. CAC/GL 54-2004
- [9] NC ISO 78-2:2004. Química - Disposiciones para las normas - parte 2: Métodos de análisis químico.
- [10] 10.- NC- ISO 3696: 2004 Agua para uso en análisis de laboratorio— Especificaciones y método de ensayo.
- [11] NC 1: 2005 Reglas para la estructura, redacción y edición de las normas cubanas y otros documentos normativos relacionados
- [12] Dierksmeier G.: Métodos cromatográficos, Primera edición, Editorial Científico-Técnica. La Habana, 2005, pp. 219 -225.
- [13] Métodos de muestreo recomendados para la determinación de residuos de plaguicidas a efectos del cumplimiento de los LMR. Codex Alimentarius. CAC/GL 33-1999
- [14] Muestreo de residuos de plaguicidas: Métodos recomendados Codex Stan 229-1993, rev.1-2003